

JP08290962/PN

SEA JP08290962/PN
L26 1 JP08290962/PN_

_FSE
*** ITERATION 1 ***

_SET SMARTSELECT ON
SET COMMAND COMPLETED

_SET HIGHLIGHTING OFF
SET COMMAND COMPLETED

_SEL L26 1- PN,APPS
L27 SEL L26 1- PN APPS : 2 TERMS

_SEA L27
L28 1 L27

_DEL L28- Y
_FSORT L26
L28 1 FSO L26

0 Multi-record Families
1 Individual Record Answer 1
0 Non-patent Records

_SET SMARTSELECT OFF
SET COMMAND COMPLETED

_SET HIGHLIGHTING DEF
SET COMMAND COMPLETED

=> __D BIB ABS 1-

YOU HAVE REQUESTED DATA FROM 1 ANSWERS - CONTINUE? Y/(N):__Y

L28 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD
AN 1997-029374 [03] WPIDS
DNC C97-009045
TI Sintered alumina body for fast reactor liq. sodium environment -
comprises alpha-alumina and silicon, for improved liq. sodium resistance
and improved high temp. mechanical strength and high relative density.
DC K05 L02
PA (DORY) DORYOKURO KAKUNENRYO KAIHATSU; (YAWA) NIPPON STEEL CORP
CYC 1
PI JP 08290962 A 961105 (9703)* 4 pp <--
ADT JP 08290962 A JP 95-116661 950419
PRAI JP 95-116661 950419
AN 1997-029374 [03] WPIDS
AB JP08290962 A UPAB: 19970115
The body comprises at least 99.9 wt. % of an alpha alumina, and up to 0.1
wt. % of silicon, and has at least 98 % of a relative density.
USE - In use for fast reactor liq. sodium environment.
ADVANTAGE - Improves resistance to liq. sodium while keeping high
mechanical strength at high temp.
Dwg. 0/0

170

(19) 日本国特許庁 (J P)

797

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-290962

(43) 公開日 平成8年(1996)11月5日

(51) Int.Cl.⁸

C 0 4 B 35/101

B 0 1 J 19/02

識別記号

庁内整理番号

F I

C 0 4 B 35/10

B 0 1 J 19/02

技術表示箇所

F

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平7-116661

(22) 出願日 平成7年(1995)4月19日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成6年9月 動力
炉・核燃料開発事業団発行の「動燃技報No. 91」に発
表

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(71) 出願人 000224754

動力炉・核燃料開発事業団

東京都港区赤坂1丁目9番13号

(72) 発明者 野瀬 哲郎

川崎市中原区井田1618番地 新日本製鐵株
式会社先端技術研究所内

(72) 発明者 中山 秀實

東京都千代田区大手町2-6-3 新日本
製鐵株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐液体ナトリウム腐食性に優れたアルミナ焼結体

(57) 【要約】

【目的】 本発明の目的は、アルミナ焼結体の優れた特
性である高温強度特性を保持しつつ、液体ナトリウム環
境中での耐食性に優れたアルミナ焼結体を提供すること
にある。

【構成】 本発明の耐液体ナトリウム腐食性に優れたア
ルミナ焼結体は、珪素が0.1重量%以下で残部が純度
99.9%以上の α -アルミナからなり、平均結晶粒径
が5 μ m以下、相対密度98%以上からなることを特徴
とするものである。

【効果】 本発明により、高温強度特性を維持しつつ液
体ナトリウム中での耐食性を著しく向上させたアルミナ
焼結体が提供可能となり、その工業的有用性は非常に大
きい。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 珪素が0.1重量%以下で残部が純度99.9%以上の α -アルミナからなり、平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以下、相対密度98%以上であることを特徴とする耐液体ナトリウム腐食性に優れたアルミナ焼結体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高速炉などの液体ナトリウム環境中で使用される耐液体ナトリウム腐食性に優れたアルミナ焼結体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、液体ナトリウム中で使用される材料としてはオーステナイト系ステンレス鋼やフェライト鋼などの金属材料が知られている。

【0003】これらの材料は、耐熱性、耐摩耗性などに限界があり、構造部材としての長時間信頼性に欠けているのが現状である。

【0004】また、耐液体ナトリウム腐食性は優れるものの比重が大きく、部材にした際、重いという欠点があった。

【0005】一方、一般にアルミナ焼結体は、上述の金属材料と比べて低比重で軽量であり、耐熱性に優れ、高温強度も金属材料に較べて優れているものが多く、かつ耐摩耗性にも優れることから、液体ナトリウム中での部材に有望であることが予想されるが、従来のアルミナ焼結体では液体ナトリウム中では腐食が激しく、液体ナトリウム浸漬試験(650℃、1000時間)での腐食減量が $0.5\text{mg}/\text{cm}^2$ を超える、もしくは粒界腐食が観察される、など現行使用のステンレス鋼より耐食性に劣り長時間使用の信頼性に欠けるなど実用には供せなかった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述のように従来のアルミナ焼結体では、高温強度特性は優れているものは得られているものの、高い高温特性を維持したまま、例えば高速炉の冷却媒体として使用する際の温度範囲550~650℃での液体ナトリウム中での耐食性を飛躍的に改善するには至っていないため構造部材としての信頼性に欠ける問題点があった。

【0007】本発明の目的は、上述のアルミナ焼結体の優れた特性である高温強度特性を保持しつつ、液体ナトリウム環境中での耐食性の優れたアルミナ焼結体を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の耐液体ナトリウム腐食性に優れたアルミナ焼結体は、珪素が0.1重量%以下で残部が純度99.9%以上の α -アルミナからなり、平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以下、相対密度98%以上からなることを特徴とするものである。

【0009】 α -アルミナは高温にて安定な物質であ

2

り、微細な原料粉末を用いる場合、単身でも緻密化が可能であるが、単身で充分緻密化させるためには一般に1500℃以上の高温で焼成する必要がある。

【0010】そこで焼結温度を下げ、かつ異常粒成長を抑制する目的で、一般に、微量の焼結助剤が添加される。

【0011】焼結助剤としては、酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化チタン、酸化クロム、酸化硼素、酸化ジルコニウム等が用いられるが、これら焼結助剤は、焼結終了時に焼結体の粒界にアルミナとの化合物もしくは複合酸化物として残留する。

【0012】本発明者らは種々の研究の結果、アルミナ焼結体の液体ナトリウム中での腐食は主に焼結体中の粒界相などに存在する珪素および酸素が液体ナトリウムと反応し、 Na_2SiO_3 等を生成することにより進展するものであり、その反応による腐食は、アルミナの純度が99.9%未満と低く、珪素濃度が0.1重量%を超える場合に顕著であることを見出した。

【0013】従って、本課題を達成するためには、焼結体中の珪素濃度が0.1重量%以下で残部が純度99.9%以上の α -アルミナであることが望ましい。

【0014】また、一般に平均結晶粒径が $10\mu\text{m}$ を超えると、アルミナ粒子内の熱膨張係数異方性に起因した熱応力によるき裂が結晶粒界に自発的に生じ、粒界腐食を助長するため、結晶粒径としては $10\mu\text{m}$ 以下が良く、特に平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以下では、粒界き裂の自己生成がほぼ認められないため好ましい。

【0015】本発明では焼結体の相対密度としては98%以上であるが、98%未満では、液体ナトリウムが焼結体中に浸透し腐食を助長するため好ましくない。

【0016】

【作用】本発明により得られるアルミナ焼結体は、珪素が0.1重量%以下で残部が純度99.9%以上の α -アルミナからなり、平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以下、相対密度98%以上からなり、650℃にて400MPa以上の高い高温強度を示すとともに、液体ナトリウム浸漬試験(650℃、1000時間)での腐食減量が $0.3\text{mg}/\text{cm}^2$ 以下でかつ粒界腐食が観察されない等の高い耐食性を示し、高温強度を維持したまま高い耐液体ナトリウム腐食性を有する焼結体を得るといって本課題を解決することができた。

【0017】

【実施例】次に本発明の実施例を比較例と共に説明する。

【0018】 α -アルミナ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)粉末(平均粒径 $0.3\mu\text{m}$ 、純度99.995%)に、酸化珪素(SiO_2)粉末(平均粒径 $0.1\mu\text{m}$)、酸化マグネシウム(MgO)粉末(平均粒径 $0.1\mu\text{m}$)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)粉末(平均粒径 $0.3\mu\text{m}$)、酸化カルシウム(CaO)粉末(平均粒径 $1\mu\text{m}$)を第

50

1表に示す所定量(重量%)添加し、アルミナ製ボールミルで24時間混練した。

【0019】次いで得られた混合粉末を乾燥、成形の後、焼結した。成形条件としては、冷間静水圧による加圧150MPaとし、60mm×60mm×10mmの板状体を得た。

【0020】焼結としては、大気雰囲気中、1300～1700℃の温度範囲にて1～10時間保持の無加圧焼結を行った。

【0021】焼結体の相対密度はアルキメデス法により測定した。焼結体の結晶粒径は、切断研磨面写真より一線切断法にて評価した。

【0022】また、焼結体中の珪素の定量分析には誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP法)を用いた。

【0023】焼結体の α -アルミナ純度は、ICP法により、焼結体中に含まれる鉄、カルシウム、マグネシウム、チタン、珪素、ジルコニウム、バリウム、イットリウムの各元素を定量分析し、残部が α -アルミナであると見なして決定した。

【0024】液体ナトリウム中での浸漬試験条件としては、酸素濃度を1ppm未満、流速1cm/sec、かつ温度を650℃に制御した液体ナトリウム中に板状試験片(10×20×2mm)を1000時間浸漬し、試験前後の試験片重量の増減量を試験片の試験前の表面積にて除した値(単位表面積当たりの重量変化)でもって*

*評価した。

【0025】また、浸漬試験後の試験片を切断研磨し、走査型電子顕微鏡にて浸漬面近傍の粒界腐食の有無を確認した。

【0026】浸漬試験前と液体ナトリウム中650℃×1000時間浸漬試験後の試験片の650℃大気中における強度特性は、JIS-R1604の3点曲げ試験により評価した。

【0027】浸漬試験結果を試験片の製造条件と共に第1表に示す。

【0028】表より明らかなように、本発明のアルミナ焼結体は、比較例と比べて、液体ナトリウム浸漬試験後の腐食減量がいずれも0.3mg/cm²以下と少なく、粒界腐食は観察されず、かつ浸漬試験後の650℃大気中の抗折強さが400MPa以上と高強度を示し、高い高温強度特性を保持しつつ耐液体ナトリウム腐食性にも優れることがわかる。

【0029】一方、比較例に示すように、純度が99.9%以上の場合でも、焼結密度が98%より小さい場合、および結晶粒径が5 μ mを超える場合には、腐食減量、粒界腐食、および浸漬試験後の抗折強さに劣ることがわかる。

【0030】

【表1】

第1表(1)

	No	α -Al ₂ O ₃ (wt%)	SiO ₂ (wt%)	MgO (wt%)	CaO (wt%)	ZrO ₂ (wt%)	焼結条件	相対密度 (%)	結晶粒径 (μ m)
本 発 明	1	100.0	—	—	—	—	1400℃×1h	99.5	1.5
	2	99.995	0.005	—	—	—	1500℃×2h	99.0	3.0
	3	99.98	0.02	—	—	—	1400℃×4h	99.3	2.5
	4	99.93	0.07	—	—	—	1600℃×1h	99.0	5.0
	5	99.97	—	0.03	—	—	1500℃×2h	99.8	2.2
	6	99.95	—	—	0.03	0.02	1550℃×4h	99.6	2.9
	7	99.95	0.02	0.03	—	—	1400℃×1h	99.0	1.9
比 較 例	8	100.0	—	—	—	—	1700℃×10h	99.3	13
	9	99.95	0.05	—	—	—	1300℃×4h	96.0	0.9
	10	99.85	—	0.15	—	—	1550℃×4h	99.5	2.1
	11	99.47	0.20	0.30	0.03	—	1400℃×1h	98.0	2.0
	12	99.30	0.15	—	—	0.55	1500℃×4h	98.5	3.3
	13	99.30	0.32	0.14	0.04	—	1400℃×4h	97.9	2.6
	14	99.0	0.60	0.37	0.03	—	1500℃×2h	99.0	2.3
	15	97.6	1.4	0.30	0.70	—	1600℃×1h	97.8	8.5
	16	92.0	3.5	0.80	—	3.7	1500℃×4h	98.6	5.5

【0031】

【表2】

第1表(2)

	No	焼結体分析結果		腐食減量 (mg/cm ²)	粒界腐食 の有無	650℃抗折強さ (MPa)	
		珪素(wt%)	α -7%純度(%)			浸漬前	浸漬後
本 発 明	1	<0.005	99.99	0.00	無	500	500
	2	0.005	99.99	0.00	無	440	440
	3	0.02	99.95	0.11	無	470	440
	4	0.04	99.90	0.30	無	410	400
	5	0.01	99.95	0.08	無	470	450
	6	0.01	99.92	0.12	無	430	400
	7	0.02	99.92	0.22	無	500	410
比 較 例	8	0.005	99.99	0.35	有	310	260
	9	0.03	99.96	0.40	有	390	330
	10	0.01	99.80	0.45	有	470	390
	11	0.11	99.40	0.40	有	460	380
	12	0.10	99.25	0.82	有	410	310
	13	0.22	99.40	0.88	有	430	330
	14	0.44	99.0	1.5	有	440	260
	15	1.08	97.4	2.7	有	330	210
	16	2.87	91.8	5.5	有	350	170

【0032】

【発明の効果】本発明により、高温強度特性を維持しつ
つ液体ナトリウム中での耐食性を著しく向上させたアル

ミナ焼結体が提供可能となり、その工業的有用性は非常
に大きい。

フロントページの続き

(72)発明者 林 和範

相模原市淵野辺5-10-1 新日本製鐵株
式会社エレクトロニクス研究所内

(72)発明者 加納 茂機

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 動力
炉・核燃料開発事業団大洗工学センター内

(72)発明者 吉田 英一

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 動力
炉・核燃料開発事業団大洗工学センター内

(72)発明者 平川 康

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 動力
炉・核燃料開発事業団大洗工学センター内

(72)発明者 ▲館▼ 義昭

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 動力
炉・核燃料開発事業団大洗工学センター内